

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-118557

(43)Date of publication of application : 12.05.1998

(51)Int.Cl.

B05D 1/02  
B05D 7/00  
C05G 3/00  
C05G 5/00

(21)Application number : 08-294494

(71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 16.10.1996

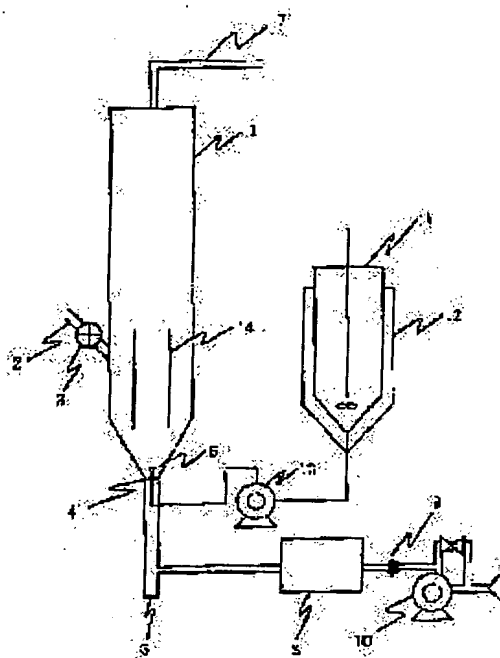
(72)Inventor : SATO TADAO  
TAKAHASHI TAKEHIKO  
TAMURA SUSUMU  
ASHIHARA MICHYUKI

## (54) GRANULE COATING METHOD

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To strictly control the initial stage elution at the time of coating granule with a resin soln. by executing the coating while ejecting an inert gas at a circular part being the outside of a guide pipe at the inside of an upright cylindrical tank.

SOLUTION: A prescribed amount of the powder is charged from a feeding port 2 while sending the air kept in a prescribed air flow and temp. from a blower 10 to a jet tower 1 being the upright cylindrical tank in which a constriction is formed at a lower part through an air heater 8. Then the guide pipe 14 is provided in a vertical direction above the constriction of the jet tower 1, and a coating liq. is sent from a coating liq. feed pump 13 in a prescribed speed and for a prescribed time while injecting the inert gas from an inert gas feed pipe 15 to the circular part being the outside of the guide pipe 14, and after obtaining a prescribed coating ratio, coating granule is discharged from a coating granule discharge port 6 by stopping the blower 10. In this way, the initial stage elution at the time of coating the granule is strictly controlled.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

09/857,963

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

<b>(19)【発行国】</b> 日本国特許庁（J P）	<b>(19)[ISSUING COUNTRY]</b> Japan Patent Office (JP)
<b>(12)【公報種別】</b> 公開特許公報（A）	<b>(12)[GAZETTE CATEGORY]</b> Laid-open Kokai Patent (A)
<b>(11)【公開番号】</b> 特開平 10-118557	<b>(11)[KOKAI NUMBER]</b> Unexamined Japanese Patent Heisei 10-118557
<b>(43)【公開日】</b> 平成 1 0 年（1 9 9 8）5 月 1 2 日	<b>(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]</b> May 12, Heisei 10 (1998. 5.12)
<b>(54)【発明の名称】</b> 粒体の被覆方法	<b>(54)[TITLE OF THE INVENTION]</b> Coating method of grain
<b>(51)【国際特許分類第 6 版】</b> B05D 1/02 7/00 C05G 3/00 103 5/00	<b>(51)[IPC INT. CL. 6]</b> B05D 1/02 7/00 C05G 3/00 103 5/00
<b>【F I】</b> B05D 1/02 Z 7/00 K C05G 3/00 103 5/00 Z	<b>[FI]</b> B05D 1/02 Z 7/00 K C05G 3/00 103 5/00 Z
<b>【審査請求】</b> 未請求	<b>[REQUEST FOR EXAMINATION]</b> No
<b>【請求項の数】</b> 7	<b>[NUMBER OF CLAIMS]</b> 7

【出願形態】 F D	[FORM of APPLICATION] Electronic
【全頁数】 8	[NUMBER OF PAGES] 8
(21) 【出願番号】 特願平 8-294494	(21)[APPLICATION NUMBER] Japanese Patent Application Heisei 8-294494
(22) 【出願日】 平成 8 年 ( 1 9 9 6 ) 1 0 月 1 6 日	(22)[DATE OF FILING] October 16, Heisei 8 (1996. 10.16)
(71) 【出願人】	(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]
【識別番号】 000002071	[ID CODE] 000002071
【氏名又は名称】 チッソ株式会社	[NAME OR APPELLATION] Chisso_Corporation
【住所又は居所】	[ADDRESS OR DOMICILE]
(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
【氏名】 佐藤 忠夫	[NAME OR APPELLATION] Sato Tadao
【住所又は居所】	[ADDRESS OR DOMICILE]
(72) 【発明者】	(72)[INVENTOR]
【氏名】 高橋 武彦	[NAME OR APPELLATION] Takahashi Takehiko

【住所又は居所】

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72) 【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

[NAME OR APPELLATION]

田村 進

Tamura Susumu

【住所又は居所】

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72) 【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

[NAME OR APPELLATION]

芦原 通之

Awara Michiyuki

【住所又は居所】

[ADDRESS OR DOMICILE]

(74) 【代理人】

(74)[AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

[NAME OR APPELLATION]

野中 克彦

Nonaka Katsuhiko

(57) 【要約】

(57)[ABSTRACT OF THE DISCLOSURE]

【課題】

[SUBJECT OF THE INVENTION]

樹脂溶液を用いて噴流スプレー法により粒体を被覆する方法において得られる被覆粒体の施用時における初期溶出の厳密な制御を可能にする被覆方法の提供。

Provision of coating method which enables strict control of initial-stage elution at the time of use of coated grain obtained by the method of coating grain with jet-stream spray method using resin solution.

**【解決手段】**

直立筒状噴流槽底部に気体噴出口用絞りと噴霧ノズルを、その上方にガイド管を設け、ガイド管と槽内壁で作られる環状部に不活性気体を噴出させる如くした装置を使用。

**【効果】**

不活性気体を噴出させない比較例に対し、実施各例で得られた被覆粒状尿素は、溶出試験における初期溶出制御能力（ $1/2 \cdot D1$ ）が優れている。

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

直立筒状槽の最下部に該槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ該槽内で噴流状態にある粒体の表面に被膜を形成させる被覆方法において、該槽内であって前記ガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする粒体の被覆方法。

**[PROBLEM TO BE SOLVED]**

Diaphragm for gas jet nozzles and mist generating nozzle are provided in erection cylindrical jet-stream tank-bottom part, and guide pipe is provided in the upper direction, apparatus made to let annular part made from guide pipe and tank inner wall eject inert gas is used.

**[ADVANTAGE]**

Coated granular urea obtained by implementation each case is excellent in initial-stage elution controllability ( $1/2, D1$ ) in elution test to Comparative Example which does not eject inert gas.

**[CLAIMS]****[CLAIM 1]**

Diaphragm for ejecting gas in this tank is provided in lowest-part of erection tube-like tank, guide pipe is provided perpendicularly above this diaphragm, jet-stream coated apparatus which provided mist generating nozzle near core of this diaphragm is used, in coating method which forms coating film in surface of grain which is in jet-stream state within this tank about resin solution which dissolved thermoplastic resin in solvent making it spray from this nozzle, coating is performed letting annular part which is in this tank and is outer side of said guide pipe eject inert gas. Coating method of grain characterized by the above-mentioned.

**【請求項 2】**

不活性気体を槽内側壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の粒体の被覆方法。

**[CLAIM 2]**

Coating is performed ejecting inert gas from tank medial wall.

Coating method of grain of Claim 1 characterized by the above-mentioned.

**【請求項 3】**

不活性気体をガイド管外壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の粒体の被覆方法。

**[CLAIM 3]**

Coating is performed ejecting inert gas from guide pipe outer wall.

Coating method of grain of Claim 1 characterized by the above-mentioned.

**【請求項 4】**

不活性気体の噴出口を槽内側壁とガイド管外壁の間の空間から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の粒体の被覆方法。

**[CLAIM 4]**

Coating is performed ejecting jet nozzle of inert gas from space between tank medial wall and guide pipe outer wall.

Coating method of grain of Claim 1 characterized by the above-mentioned.

**【請求項 5】**

不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の 1 から 70 % の範囲であることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

**[CLAIM 5]**

It is 1 to 70% of range of the minimum fluidization speed in particle diameter of particles which spray velocity of inert gas used, and relative density.

Coating method of grain in any one of Claims 1 to 4 characterized by the above-mentioned.

**【請求項 6】**

不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の 5 から 50 % の範囲であることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

**[CLAIM 6]**

It is 5 to 50% of range of the minimum fluidization speed in particle diameter of particles which spray velocity of inert gas used, and relative density.

Coating method of grain in any one of Claims 1 to 4 characterized by the above-mentioned.

**【請求項 7】****[CLAIM 7]**

熱可塑性樹脂が溶剤に対し熱時には溶解し冷時には析出してゼリー状となる性質を有するものである請求項 1 から 6 のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

Coating method of grain in any one of Claim 1 to 6 which is one has characteristic which thermoplastic resin dissolves in thermal time to solvent, precipitates at the time of cold, and becomes jelly-like.

**【発明の詳細な説明】****[DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]****【 0 0 0 1 】****[0001]****【発明の属する技術分野】**

本発明は粒体の被覆方法に関する。更に詳しくは槽内にガイド管を有する噴流被覆装置を用いた被覆方法に関する。

**[TECHNICAL FIELD OF THE INVENTION]**

This invention relates to coating method of grain.

It is related with coating method using jet-stream coated apparatus which has guide pipe in tank in more detail.

**【 0 0 0 2 】****[0002]****【従来の技術とその問題点】**

噴流方式を用いた被覆法は、例えば特公昭 3 8 - 1 3 8 9 6 号に記載のように、円筒状の槽で下部を逆円錐形とし、その先端を水平方向に切断して気体噴出用の絞りとなし、該オリフィスより高速な気流体を該槽内に垂直方向に噴出せしめて、槽内の被覆すべき粒体を吹き上げ、同時に被覆液を吹き付ける被覆法である。また、特公昭 3 8 - 2 2 9 4 号では、粒体を中央噴流部に設けた案内管を通して粒体を吹き上げ、該管内に設けた噴

**[PRIOR ART AND PROBLEM]**

Like Japanese Patent Publication No. 38-13896, coating using jet-stream system makes lower part inverted\_conical\_shape by tank of cylindrical shape, cuts that front end horizontally, accomplishes it with diaphragm for gas ejection, ejects perpendicularly in this tank air-current body more nearly high-speed than this orifice, and is blowing up and coating which sprays coated liquid simultaneously about grain in tank which should be carried out coated.

Moreover, in Japanese Patent Publication No. 38-2294, method of adding coated liquid for grain from blowing up and this mist generating nozzle provided in-pipe through guide pipe



霧ノズルより被覆液を加える方法を開示している。これらの被覆法は何れも医薬品の被覆を対象としたもので、小規模且つ丁寧に被覆する場合には好ましい方法であるが、例えば肥料の様に安価且つ大量の被覆を行う場合には適切な方法とは言い難い。大量の粒子を被覆するには径の大きな噴流塔を用いる必要があるが、噴流塔の径が大きくなると粒子全体が流動状態となり噴流が形成できなかった。この問題点に対し特公平2-31039号においては、噴流装置内に粒子が通過するガイド管を、オリフィス上方に垂直に設けた被覆装置であって、オリフィスから装置内に不活性気体を送入するに際し、オリフィスにおける気体の流速を  $20\text{ m/sec}$  から  $70\text{ m/sec}$  とし、ガイド管内の流速を  $20\text{ m/sec}$  以下に調節して被覆を行う方法であれば、噴流塔が大型化しても噴流状態が得られることを開示している。一方、近頃では特開平6-9303号、特開平6-9304号、特開平6-72805号、特開平6-80514号、特公平5-29634号、特開平4-202078号、特開平4-202079号、特開平6-87684号に開示されたような、施用後一定期間は活性成分を溶出させないか若

which provided grain in center jet-stream part is disclosed.

Each of these coating are one for coating of pharmaceutical, and when coating on a small scale and carefully, it is desirable methods.

For example

When performing coating cheap and extensive like fertilizer, it is hard to call it suitable method.

In order to coat a lot of particles, it is necessary to use major jet-stream tower of diameter.

The whole grain child to whom diameter of jet-stream tower becomes bigger would be in fluid state, and jet stream was not able to be formed.

It is coated apparatus which provided guide pipe which particles pass at right angles to orifice upper direction in jet-stream apparatus in Japanese Patent Publication No. 2-31039 to this problem, comprised such that the flow velocity of gas in orifice is made into 20 to 70 m/sec when intromitting inert gas in apparatus from orifice, if it is method of adjusting the flow velocity in guide pipe to 20 m/sec or less, and performing coating, even if jet-stream tower enlarges, it will disclose that jet-stream state is acquired.

On the other hand, these days, as disclose in Unexamined-Japanese Patent 6-9303, 6-9304, 6-72805, 6-80514, japanese Patent Publication No. 5-29634, unexamined-Japanese Patent 4-202078, 4-202079, 6-87684,

Fixed period after use is period (this period is henceforth called initial-stage elution inhibition period) which it does not let elute active ingredient or by which elution was inhibited extremely, coated granular fertilizer which

しくは溶出が極度に抑制された期間（この期間を以後初期溶出抑制期間と称する）と、一定期間経過後速やかな溶出を行なう期間（この期間を以後溶出期間と称する）とを有するいわゆる時限溶出型溶出パターンの被膜を肥料粒子の表面に被覆した被覆粒状肥料が開示されている。これら新しい被膜組成の開発は、特開平 7-147819 号に示された様な、育苗箱による全量基肥施肥法と云った極度に集約された施肥・栽培法をもたらしつつある。この栽培法は栽培期間中に必要な肥料の全量若しくはその大部分を、育苗開始時に上記時限溶出型の被覆肥料の形態で育苗箱に施用するものである。該肥料の溶出は育苗期間中においては極度に抑制され、育苗期間終了後（本圃に移植後）に溶出を開始するので、育苗期間中に濃度障害を起こすことなく本圃において必要な肥料分を一度に施肥することが出来る。更に、種籾から発根した根は成長と共に該肥料と接触し、ついには根で該肥料を抱えるような状態になり、生長した苗を本田に移植する際にはそのままの状態に移植される。このため根が接触している該肥料から肥料分を直接吸収することが可能となり、施肥肥料の吸収利用効率を大幅に向上させ得る可

coated the so-called coating film of time-limit elution type elution pattern which has period (this period is henceforth called elution period) which performs prompt elution after fixed period passage on surface of fertilizer particles is disclosed.

Development of new coating-film construction is bringing about method of fertilizing / growing which was mentioned whole-quantity basal-fertilizer fertilizing method by these seedling boxes as shown in Unexamined-Japanese-Patent No. 7-147819 and which was collected extremely.

This growing method uses whole quantity of fertilizer required in cultivation period, or its most to seedling box with form of above-mentioned time-limit elution type clothing fertilizer at the time of seedling raising start.

Elution of this fertilizer is extremely inhibited in seedling raising period, elution is started after the seedling raising period completion (after transplanting to planting field).

Therefore, in planting field, a part for required fertilizer can be fertilized at once, without causing concentration failure in seedling raising period.

Furthermore, root rooted from rice seed is contacted growth with this fertilizer, it will be in the state where this fertilizer is held by root at last, when transplanting seedling which grew to rice field, it is transplanted in the state as it is.

For this reason, it becomes possible to absorb a part for fertilizer directly from this fertilizer that root contacts, possibility that absorption utilization effectiveness of fertilizer-application fertilizer could be improved significantly came

能性が出てきた。但し、この様な施肥法の実現のためには、作物の初期生育期間（育苗期間）中に肥料による濃度障害を起こさせないために初期溶出抑制期間の溶出を極力低く抑える必要があり、施肥直後から一定の溶出速度で溶出を開始するいわゆるリニアタイプのものに比べ、非常に厳密な溶出制御機能が求められている。しかしながら、これら従来の時限溶出型の被服肥料を大量に被覆すべく前述の噴流方式によって被覆を行った場合には、時限溶出型の溶出を示す被膜組成であっても施肥直後から相当な溶出速度で溶出を開始し、十分な溶出抑制機能が得られないと云った問題点を有していた。中にはその被膜組成によって得られる時限溶出型被覆肥料の初期溶出抑制期間内の溶出が一定ではなく、施用直後からある一定の溶出率まで急激に溶出するものも多く、前述の噴流方式で該施肥法の使用に耐える溶出機能を得ることは極めて困難であった。

out.

However, it is for achievement of such a fertilizing method, to inside of initial-stage growth period of crops (seedling raising period) In order not to cause concentration failure by fertilizer, it is necessary to restrain elution of initial-stage elution inhibition period low as much as possible.

Compared with the so-called linear type which starts elution of one, very strict elution control function is called for with fixed elution rate from immediately after fertilizer application.

However, in large quantities about these conventional time-limit elution type clothing fertilizer, according to the above-mentioned jet-stream system that should coat, when coating is performed, even if it is coating-film construction which shows time-limit elution type elution, elution is started with considerable elution rate from immediately after fertilizer application, it had problem mentioned that sufficient elution inhibition function is not obtained.

In inside, elution in initial-stage elution inhibition period of time-limit elution type coated fertilizer obtained by that coating-film construction was not fixed, and there was also much one is rapidly eluted from immediately after use to a certain fixed elution proportion, and it was very difficult to obtain elution function in which it is equal to use of this fertilizing method with the above-mentioned jet-stream system.

【 0 0 0 3 】

[0003]

【発明が解決しようとする課

[PROBLEM TO BE SOLVED BY THE

**【題】**

一般に時限溶出型肥料からの肥効成分の溶出パターンは、被膜内に水蒸気若しくは水分を通さない機能の層若しくは樹脂と、僅かに通過してきた水蒸気若しくは水分と反応し、膨潤による内部応力や、溶解によって被膜を破損させる材料（内部の活性物質粒子自身の場合もある）によって構成されている。よって初期溶出抑制期間の溶出を抑えるには、被膜をより緻密な膜にすることによって水蒸気若しくは水分の通過を抑える必要があった。本発明者らは公知の被膜組成で使用に耐える時限溶出被膜を得るべく、噴流法での粒体の被覆方法について鋭意研究を重ねたところ、驚くべきことに、槽の最下部に槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ粒体に被膜を形成させる被覆方法において、槽内であってガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行う粒体の被覆方法に、初期溶出抑制期間中の溶出を抑える顕著な効果があることを知見して本発明を完成させた。以上の記述からも明らか

**INVENTION]**

Generally elution pattern of fertilizer-effectiveness component from time-limit elution type fertilizer reacts with layer of function or resin which does not let water vapor or water component pass in coating film, and water vapor or water component passed slightly, it comprises internal stress by swelling, and material (there is also case of internal active-substance particle itself) which damages coating film according to melting.

Therefore, in order to have restrained elution of initial-stage elution inhibition period, passage of water vapor or water component needed to be restrained by using coating film as more precise membrane.

Present inventors, should obtain time-limit elution coating film which withstands use by coating-film construction of public knowledge, where repeated earnest research about coating method of grain in jet-stream method, what should be surprising, diaphragm for ejecting gas is provided in tank, and guide pipe is provided in lowest-part of tank perpendicularly above this diaphragm, in coating method which forms coating film in grain spraying resin solution which it let dissolve thermoplastic resin in solvent from this nozzle using jet-stream coated apparatus which provided mist generating nozzle near core of this diaphragm, letting annular part which is in tank and is outer side of guide pipe eject inert gas, it realized that there was remarkable effect which restrains elution in initial-stage elution inhibition period to coating method of grain which performs coating, and let it perfect this invention.

なように、本発明の目的は樹脂溶液を用いて粒体を被覆する場合において、初期溶出の厳密な制御を可能ならしめる被覆方法を提供することにある。

When objective of the invention coats grain clearly using resin solution also from the above description, it is providing coating method which enables strict control of initial-stage elution.

**【 0 0 0 4 】****[0004]****【課題を解決するための手段】****[MEANS TO SOLVE THE PROBLEM]**

本発明は以下に記載の（１）から（７）の構成からなる。

This invention becomes below from constitution of (1) to (7) of publication.

（１）直立筒状槽の最下部に該槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ該槽内で噴流状態にある粒体の表面に被膜を形成させる被覆方法において、該槽内であって前記ガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする粒体の被覆方法。

(1) In coating method which forms coating film in surface of grain which is in jet-stream state within this tank spraying resin solution which it let dissolve thermoplastic resin in solvent from this nozzle using jet-stream coated apparatus which provided diaphragm for ejecting gas, provided guide pipe perpendicularly above this diaphragm, and provided mist generating nozzle near core of this diaphragm in this tank at lowest-part of erection tube-like tank, coating is performed letting annular part which is in this tank and is outer side of said guide pipe eject inert gas.

Coating method of grain characterized by the above-mentioned.

**【 0 0 0 5 】****[0005]**

（２）不活性気体を槽内側壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。

(2) Perform coating, ejecting inert gas from tank medial wall.

Coating method of grain given in said (1) characterized by the above-mentioned.

**【 0 0 0 6 】****[0006]**

（３）不活性気体をガイド管外壁から噴出させつつ被覆を行な

(3) Perform coating, ejecting inert gas from guide pipe outer wall.

うことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。 Coating method of grain given in said (1) characterized by the above-mentioned.

**【０００７】**

（４）不活性気体の噴出口を槽内側壁とガイド管外壁の間の空間から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。

**[0007]**

(4) Perform coating, ejecting jet nozzle of inert gas from space between tank medial wall and guide pipe outer wall.

Coating method of grain given in said (1) characterized by the above-mentioned.

**【０００８】**

（５）不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の１から７０％の範囲であることを特徴とする前記（１）から（４）のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

**[0008]**

(5) It is 1 to 70% of range of the minimum fluidization speed in particle diameter of particles which spray velocity of inert gas used, and relative density.

Coating method of said (1) characterized by the above-mentioned to grain in any one of (4).

**【０００９】**

（６）不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の５から５０％の範囲であることを特徴とする前記（１）から（４）のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

**[0009]**

(6) It is 5 to 50% of range of the minimum fluidization speed in particle diameter of particles which spray velocity of inert gas used, and relative density.

Coating method of said (1) characterized by the above-mentioned to grain in any one of (4).

**【００１０】**

（７）熱可塑性樹脂が溶剤に対し熱時には溶解し冷時には析出してゼリー状となる性質を有するものである前記（１）から（６）のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

**[0010]**

(7) Coating method of said (1) which is one has characteristic which thermoplastic resin dissolves in thermal time to solvent, precipitates at the time of cold, and becomes jelly-like to grain in any one of (6).

**【0011】**

本発明の構成を以下に詳述する。本発明で使用する直立筒状槽は中心軸が垂直の槽である。本発明の被覆装置はこの槽の下端部に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りに噴流用気体送入管を接続したものであり、更に該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に中心付近に噴霧ノズルを設けたものである。該槽の形状は特に限定するものではなく、断面の形状が円形であっても多角形のものであっても構わない。また該槽の下端は平面であっても良く、逆錐状であっても良い。しかしながら、該槽の下端が平面の場合には粒子を噴流状体にした場合、下端の一部分で粒子の循環が悪くなることから逆錐状であることが好ましく、更に粒子の循環の均一性の面から云えば、該槽の断面の形状は円形であることが望ましい。また、該槽下端の絞りにとは別途種々のオリフィス板やベンチュリを挿入できるようにしたものであっても良い。

**【0012】**

前記ガイド管の形状としては、パイプ、パイプに穿孔したもの或いは金網を筒状にしたもの等が挙げられる。本発明において

**[0011]**

Constitution of this invention is explained in full detail below.

Erection tube-like tank used by this invention is tank with main vertical axis.

Coated apparatus of this invention provided diaphragm for letting bottom end of this tank eject gas, and connected gas intromission pipe for jet streams to this diaphragm.

Furthermore, guide pipe was provided perpendicularly above this diaphragm, and mist generating nozzle was provided near core of this diaphragm near core.

Shape in particular of this tank is not limited, and even if its shape of cross section is circular and it is polygonal one, it is not cared about.

Moreover, flat surface is sufficient as lower end of this tank, and reverse cone is sufficient as it.

However, it is case where particles are used as jet-stream-like body when lower end of this tank is flat surface, since circulation of particles worsens by a part of lower end, it is desirable that it is reverse cone, and if it furthermore mentions from homogeneous surface of circulation of particles, circular thing of shape of cross section of this tank is desirable.

Moreover, one which enabled it to intromit various orifice plate and various venturi separately to diaphragm of this tank lower end may be used.

**[0012]**

One made cylindrical one or metal-mesh which drilled pipe and pipe as a shape of said guide pipe is mentioned.

Although neither shape nor material in particular

は形状や材質は特に限定するものではないが、被覆時の被膜の損傷を最小限に抑えたい場合には、孔や突起物のない平滑なパイプを用いることが好ましい。しかしながら噴流気体の流速調節や特定の目的のために孔や突起のあるガイド管であっても、本発明の効果は認められる。この際ガイド管は該絞り上方に垂直方向に固定若しくは懸垂される。噴霧ノズルは該絞りの中心軸となる位置であれば良く、該絞りよりも高い位置であっても、低い位置であっても良い。ノズルの位置、形状は噴霧液体の性状、運転条件等によって適宜決定すればよい。

**【 0 0 1 3 】**

絞り部風速は噴出気体量と絞り口径で決められるが、ガイド管内の風速も同じ手法で換算することが出来る。ガイド管と絞り部の間隔は粒体の循環を妨げない範囲で選定することが好ましい。ガイド管の口径は絞り口径の1.2から4.0倍、好ましくは1.5から3.0倍とするのがよい。本発明においては絞り部における気体の流速、及びガイド管内における気体の流速は特に限定するものではないが、品質の安定のためには絞りから装置内に不活性気体を送入する際の、絞り部における気体

is limited in this invention, it is desirable to use flat and smooth pipe without hole or protrusion to restrain damage on coating film at the time of coated to the minimum.

However, even if it is guide pipe which has hole and projection for the flow-velocity regulation of jet-stream gas, or specific objective, effect of this invention is observed.

In this case, guide pipe fixes or hangs to this diaphragm upper direction perpendicularly.

Mist generating nozzle should just be position used as main axis of this diaphragm, even if it is position higher than this diaphragm, low position may be used.

What is necessary is for quality of spraying liquid, service condition, etc. just to decide position of nozzle, and shape suitably.

**[0013]**

Drawing-part wind speed is wrung as ejection quantity of gas, and is decided by aperture diameter.

However, wind speed in guide pipe is also convertible with the same approach.

As for intervals of guide pipe and drawing part, specifying in the range which does not bar circulation of grain is desirable.

Aperture diameter of guide pipe is 1.2 to 4.0 of diaphragm aperture diameter times, it is good to consider it as 1.5 to 3.0 times preferably.

In this invention

The flow velocity of gas in drawing part, and the flow velocity of gas in guide in-pipe

Although it does not limit in particular, for stability of quality, the flow velocity of gas in



の流速を  $20 \text{ m/sec}$  から  $70 \text{ m/sec}$  とし、ガイド管内の流速を  $20 \text{ m/sec}$  以下に調節して被覆を行う方法が推奨される。

**【0014】**

本発明に用いる気体は粒体及び溶剤の性質に際し不活性のものであれば良く、特に限定されるものではない。本発明においては被覆液として熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を用いる。熱可塑性樹脂としては、ポリオレフィン及びその共重合体とポリ塩化ビニリデン及びその共重合体が挙げられる。好ましいポリオレフィン及びその共重合体としてはポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・一酸化炭素共重合体、エチレン・酢酸ビニル・一酸化炭素共重合体、エチレン・アクリレート共重合体、エチレン・メタクリル酸共重合体、ゴム系樹脂、ポリスチレン、ポリメチルメタアクリレート等が挙げられ、好ましいポリ塩化ビニリデン及びその共重合体としては、ポリ塩化ビニリデン、塩化ビニリデン・塩化ビニル共重合体等が挙げられる。更に、ポリ-2-ハイドロキシー-2-アルキル酢酸、ポリ-3-ハイドロキシー

drawing part at the time of intromitting inert gas in grain Rika apparatus is made into 20 to 70 m/sec, method of adjusting the flow velocity in guide pipe to 20 m/sec or less, and performing coating is recommended.

**[0014]**

Gas used for this invention is not limited in particular that what is sufficient is just inactive in the case of characteristic of grain and solvent. Resin solution in which it let solvent dissolve thermoplastic resin as coated liquid in this invention is used. As a thermoplastic resin, polyolefin, its copolymer and polyvinylidene chloride, and its copolymer are mentioned. As desirable polyolefin and its copolymer, polyethylene, polypropylene, ethylene propylene rubber, ethylene and vinyl-acetate-polymer, ethylene and carbon monoxide copolymer, ethylene, vinyl acetate and carbon monoxide copolymer, ethylene acrylate-polymer, ethylene methacrylic-acid copolymer, rubber type resin, polystyrene, polymethyl methacrylate, etc. are mentioned, as desirable polyvinylidene chloride and its copolymer, polyvinylidene chloride, vinylidene chloride, vinyl-chloride-polymer, etc. are mentioned. Furthermore, biodegradable polyester represented by poly- 2-hydroxy- 2-alkyl acetic acid, poly- 3-hydroxy- 3-alkyl propionic acid, etc. can also be mentioned.

3-アルキルプロピオン酸等に代表される生分解性ポリエステルも挙げることが出来る。

**【0015】**

これらの被覆材は有機溶剤に溶解させた状態で、噴流状態にある粒子に噴霧し被覆を行う。本発明の効果は上記樹脂の貧溶媒液を用い、瞬間乾燥によって被膜を形成する製膜法において特に有効である。上記樹脂の貧溶媒を用いて瞬間乾燥する場合には、樹脂と有機溶剤との組み合わせにおいて、熱時には良く溶解、冷時には樹脂が析出してゼリー状となる性質を有するものがよく、この方法による被膜は特に好ましい。上記以外の被覆材としてはタルクに代表される無機フィラーや、界面活性剤等を用いることもできる。これら被覆材は溶剤に溶解・分散され、噴霧用ノズルに送られ被覆に共される。

**【0016】**

本発明の被覆方法は樹脂溶液を用いて粒体を被覆する場合において、特に時限溶出型の溶出パターンを示す被覆粒状肥料において、その初期溶出の厳密な制御を可能にした。本発明者等は、その理由を、推測の域を脱しないものの以下のように考えてい

**[0015]**

These coating materials are in state dissolved in organic solvent, are sprayed to particles in jet-stream state, and perform coating.

Effect of this invention is effective in particular in the film making method which forms coating film by drying at the moment using poor-solvent liquid of the above-mentioned resin.

When drying at the moment using poor solvent of the above-mentioned resin, it sets about combination of resin and organic solvent, one has characteristic which it dissolves in thermal time well, and resin precipitates at the time of cold, and becomes jelly-like is good, and coating film by this method is especially preferable.

Inorganic filler represented by talc as coating materials except for the above, surface active agent, etc. can also be used.

These coating material is dissolved and dispersed by solvent, it is sent to nozzle for spraying, and coated.

**[0016]**

Coating method of this invention

When coating grain using resin solution, in coated granular fertilizer which shows time-limit elution type elution pattern in particular, strict control of the initial-stage elution was enabled.

Although These inventors do not escape from guessed region, they consider the reason as follows.

る。同一の被膜組成、被覆率でより初期溶出を抑制した溶出パターンを得るには、被膜の緻密性を向上させる必要がある。被膜緻密化の要因は複雑多岐にわたると考えられ一義的に特定できるわけではないが、樹脂溶液を用い溶剤の乾燥により被膜を形成させる被覆法においては、粒体に付着した樹脂溶液からの溶剤の飛散、乾燥が大きく影響すると考えられる。従来大型噴流塔を用いた被覆方法においては、溶剤の単位時間当たりの乾燥が不十分ではなかったかと考えられる。そこで本発明者らは乾燥時間の短縮のため、前述の噴流被覆装置に槽内であってガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行う粒体の被覆方法を開発した。この方法であれば時限溶出型の溶出パターンにおける初期溶出抑制期間中の溶出を極僅かなものにすることが可能である。溶剤乾燥の実体においても、更に乾燥の効率化、被膜の緻密化と云う観点から見た場合であっても、不活性気体の噴出口は固定相最上部よりも下であって、固定相の比較的上部にあることが望ましい。また、逆錐部を含む槽底部からの噴出は、噴流塔への粒子の仕込量、粒径、噴出口径等によって最小流動化速度が異なるものの、槽内側壁

In order to obtain elution pattern which inhibited initial-stage elution more by the same coating-film construction and coverage, it is necessary to improve the compactness of coating film.

Factor of coating-film compaction is not considered to be complex and wide-ranging, and cannot necessarily be specified uniquely.

However, in coating in which coating film is formed by drying of solvent using resin solution, scattering of solvent from resin solution adhering to grain and drying are considered to influence greatly.

In coating method using conventional large-scale jet-stream tower, it is thought whether drying per unit time of solvent was inadequate.

Then, present inventors developed coating method of grain which performs coating for shortening of drying time, letting the above-mentioned jet-stream coated apparatus eject inert gas in annular part which is in tank and is outer side of guide pipe.

If it is this method, elution in initial-stage elution inhibition period in time-limit elution type elution pattern can be made into very slight one.

Also in entity of solvent drying, even if it is case where it furthermore sees from viewpoint of increase in efficiency of drying, and compaction of coating film, jet nozzle of inert gas is below stationary phase top, comprised such that it is desirable that it is in comparative upper part of stationary phase.

Moreover, although ejection from tank-bottom part containing reverse pyramidal part differs in the minimum fluidization speed by charged

やガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間からの噴出に比べ固定相の流動化を生じやすく、流動状態が生じると噴流の維持が困難になる。特に樹脂溶液の粘度が高く、固定相に落下時の残留溶剤が多い場合には、固定相への不活性気体の必要噴出量が大きくなることから、粘度の高い樹脂溶液を用いる場合には、槽内側壁、ガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間の少なくとも1ヶ所以上から不活性気体を噴出させることが望ましい。

**【0017】**

噴出気体の移送は槽内側壁やガイド管外壁、槽底部等においてはジャケットを用いても良く、通気管で行っても良い。槽内側壁とガイド管外壁との間の場合には通気管を用いる。但し、槽内に通気管を設置する際には、通気管が固定相における粒子の降下を妨げない様にすべきである。該環状部における不活性気体の風速、温度、噴出口数などの条件は特に限定するものではない。風速は槽内に投入する粒子の比重、粒径、被覆液粘度（濃度）、溶剤の蒸発潜熱、被覆液供給量等によって決定され、実施

amount of particles to jet-stream tower, particle diameter, ejection aperture diameter, etc., if it is easy to produce fluidization of stationary phase compared with ejection from space between tank medial wall, guide pipe outer wall, tank medial wall, and guide pipe outer wall and fluid state occurs, maintenance of jet stream will become difficult.

In particular consistency of resin solution is high, and since the amount of required ejections of inert gas to stationary phase becomes bigger to stationary phase when there are many residual solvents at the time of fall, when using resin solution with high consistency, it is desirable to eject inert gas from at least one or more places of space between tank medial wall, guide pipe outer wall, tank medial wall, and guide pipe outer wall.

**[0017]**

Transfer of ejection gas may use jacket in tank medial wall, guide pipe outer wall, tank-bottom part, etc., and vent pipe may perform it.

In between tank medial wall and guide pipe outer wall, vent pipe is used.

However, when installing vent pipe in tank, you should make it vent pipe not bar fall of particles in stationary phase.

Conditions in particular, such as wind speed of inert gas in this annular part, temperature, and ejection talkative, are not limited.

Wind speed is decided by relative density of grain supplied in tank, particle diameter, coated liquid consistency (concentration), latent heat of vaporization of solvent, coated liquid supply amount, etc., implementation person should

者が適宜選択すべきものであるが、一般的には用いる粒子のその粒径、比重に於ける最小流動化速度の70%以下であることが好ましい。不活性気体の噴出口の位置にもよるが、特に槽底部のような比較的低い位置に噴出口がある場合には固定相が流動化しやすく、流動化しないまでも固定相内における粒子の下降が困難になり、粒子の循環が不十分となり品質のばらつきが大きくなるため、不活性気体の噴出速度は最小流動化速度の50%以下であることが望ましい。また、不活性気体の風速が小さすぎても初期溶出抑制期間中の溶出抑制効果、及び溶出のばらつきが悪化する傾向が見られる。この点から不活性気体の風速は最小流動化速度の1%以上であることが好ましく、更に好ましくは5%以上である。また、該気体の温度は噴流部の温度同様、樹脂や粒体の物性や形状の変化をもたらさない程度の温度に留めることが望ましい。更に、噴出口数は固定相における乾燥の均一化の観点から多い方が望ましい。

**【0018】**

通常、非常に薄い樹脂溶液で被覆すれば噴流と同時に瞬時に乾燥し、良好な溶出特性の被膜が

choose suitably.

It is desirable that it is 70 % or less of the minimum fluidization speed in the particle diameter of particles generally used and relative density.

Although it calls also at position of jet nozzle of inert gas, and it is easy to fluidize stationary phase and it does not fluidize when jet nozzle is in comparative low position like in particular tank-bottom part, lowering of particles within stationary phase becomes difficult, in order that it may become inadequate particles' circulating and unevenness in quality may become bigger, as for spray velocity of inert gas, it is desirable that it is 50 % or less of the minimum fluidization speed.

Moreover, even if wind speed of inert gas is too small, inclination for elution inhibitory effect in initial-stage elution inhibition period and unevenness of elution to aggravate is seen.

More preferably, it is 5 % or more preferably that wind speed of this point to inert gas is 1 % or more of the minimum fluidization speed.

Moreover, as for temperature of this gas, it is desirable to stop to temperature of degree which brings about neither resin nor the physical property of grain nor change of shape as well as temperature of jet-stream part.

Furthermore, more ones of ejection talkative are desirable from viewpoint of homogenization of drying in stationary phase.

**[0018]**

Usually, if it coats with very thin resin solution, it will dry simultaneously with jet stream in an instant, productive efficiency is not low

得られるものの、生産効率は低く経済的ではない。濃くすれば生産効率は向上するが溶剤が蒸発しにくくなり、十分な機能の被膜が得られなかった。本発明においては比較的濃度の高い樹脂溶液であっても実用上十分な初期溶出抑制機能が得られる。本発明の被覆方法は樹脂溶液の粘度が5 c. p. 以上となるような濃度の場合に優れた効果を認めることが出来る。更に樹脂溶液の粘度が7 c. p. 以上となるような場合には顕著である。しかしながら、樹脂溶液の粘度が40 c. p. を越えるような濃度の場合においては、本発明の被覆方法を用いても固定相における乾燥は十分とは云えなくなるため、樹脂溶液の濃度は粘度が40 c. p. 以下、更に好ましくは35 c. p. 以下となる範囲であることが望ましい。但し、本発明で規定する粘度は噴流状態の粒子に噴霧する直前の状態の樹脂溶液温度において、B型粘度計により測定して求めた値である。

**【0019】**

本発明において槽内であってガイド管の外側である環状部であれば、特に不活性気体の噴出口の設置場所を限定するものでは

economical although coating film of good leaching property is obtained.

If it is made deep, productive efficiency will be improved, but solvent becomes difficult to evaporate.

Coating film of sufficient function is not obtained.

Even if it is resin solution with high comparative concentration in this invention, practically sufficient initial-stage elution inhibition function is obtained.

Coating method of this invention can observe effect which was excellent when it was concentration that consistency of resin solution becomes more than 5c.p.

Furthermore, it is remarkable when consistency of resin solution becomes more than 7c.p.

However, since it stops mentioning drying in stationary phase as it is enough even if it uses coating method of this invention in the case of concentration that consistency of resin solution exceeds 40c.p., consistency of concentration of resin solution is below 40c.p., it is desirable that it is range as for which below 35c.p. becomes more preferably.

However, consistency specified by this invention is set to resin solution temperature of state just before spraying to particles of jet-stream state, it is value which measured by Brookfield viscometer and was calculated.

**[0019]**

If it is annular part which is in tank in this invention and is outer side of guide pipe, installation in particular of jet nozzle of inert gas will not be limited.

ないが、設置場所を例示すれば槽内側壁、槽底部（逆錐部も含む）、ガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間に設定することが出来る。

However, if installation is shown, it can be set as space between tank medial wall, tank-bottom part (reverse pyramidal part is also included), guide pipe outer wall, tank medial wall, and guide pipe outer wall.

### 【0020】

本発明の被覆装置において用いる粒子は特に限定されるものではないが、本発明の被覆装置による被覆は、粒子に含まれる活性成分が溶出速度を調節する必要性のあるものに対して特に有効である。活性成分とは具体的には、尿素、硫安、塩安、硝安、塩化加里、硫酸加里、硝酸加里、硝酸ソーダ、燐酸アンモニア、燐酸加里、燐酸石灰、キレート鉄、酸化鉄、塩化鉄、ホウ酸、ホウ砂、硫酸マンガン、塩化マンガン、硫酸亜鉛、硫酸銅、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、OMUP（クロチリデンジウレア）、IBDU（イソブチリデンジウレア）やオキザマイド等の肥料、殺虫剤、殺菌剤、除草剤等の農薬等が挙げられるが、これらに限定するものではない。粒子は活性成分の1種以上の粒状物であっても良く、更には活性成分の1種以上とベントナイト、ゼオライト、タルク、クレイ、ケイソウ土等の不活性担体からなる粒状物であっても良い。更には前述の活性成分粒子を樹脂や無機

### [0020]

Particles used in coated apparatus of this invention, although it is not thing limited in particular, coating by coated apparatus of this invention, as opposed to one with the necessity that active ingredient contained in particles adjusts elution rate, it is effective in particular. With active ingredient, agrochemicals, such as fertilizers, such as urea, ammonium sulfate, ammonium chloride, ammonium nitrate, chlorinated potassium, potassium sulfate, nitric-acid potassium, sodium nitrate, ammonium phosphate, potassium phosphate, calcium phosphate, chelate iron, iron oxide, iron chloride, boric acid, borax, manganese sulfate, manganese chloride, zinc sulfate, cupric sulfate, sodium molybdate, ammonium molybdate, OMUP ("krotylidene" diurea), IBDU (iso butylidene diurea), and oxamide, pesticide, microbicide, and herbicide, etc. are mentioned specifically.

However, it does not limit to these.

1 or more type of particulate material of active ingredient is sufficient as particles, and particulate material which is further made up of inactive holders, such as 1 or more type of active ingredient, bentonite, zeolite, talc, clay, and diatom earth, is sufficient as them.

Furthermore, it may coat the above-mentioned active ingredient particles with resin or inorganic

物で被覆したものであっても構  
 わない。 substance.

【 0 0 2 1 】

[0021]

## 【発明の効果】

本発明は槽の最下部に、槽内に  
 気体を噴出させるための絞りを  
 設け、該絞りの上方に垂直方向  
 にガイド管を設け、該絞りの中  
 心付近に噴霧ノズルを設けた噴  
 流被覆装置を用い、熱可塑性樹  
 脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液  
 を該ノズルから噴霧させつつ粒  
 体に被膜を形成させる被覆方法  
 において、槽内であってガイド  
 管の外側である環状部に不活性  
 気体を噴出させつつ被覆を行う  
 粒体の被覆方法である。本発明  
 は樹脂溶液を用いて粒体を被覆  
 する場合において、被覆された  
 粒体について初期溶出の厳密な  
 制御を可能ならしめる効果を有  
 する。特に時限溶出型の溶出パ  
 ターンにおける初期溶出抑制期  
 間の溶出抑制に顕著である。

## [ADVANTAGE OF THE INVENTION]

This invention provides dapple for ejecting gas  
 in tank in lowest-part of tank, jet-stream coated  
 apparatus which provided guide pipe  
 perpendicularly above this dapple, and provided  
 mist generating nozzle near centre of this  
 dapple is used, in coating method which forms  
 coating film in grain spraying resin solution  
 which it let dissolve thermoplastic resin in  
 solvent from this nozzle, it is coating method of  
 grain which performs coating, letting annular  
 part which is in tank and is outer side of guide  
 pipe eject inert gas.

This invention has effect which enables strict  
 control of initial-stage elution about grain coated  
 when grain was coated using resin solution.

It is in particular remarkable in elution inhibition  
 of initial-stage elution inhibition period in  
 time-limit elution type elution pattern.

【 0 0 2 2 】

[0022]

## 【実施例】

## 1. 被覆装置

本発明の比較例であり、実施例  
 の基本構造たる被覆装置を図 1  
 に示した。図 1 において 1 は噴  
 流塔、2 は被覆される粒体の投  
 入口、3 は粒体投入口バルブ、

## [EXAMPLES]

## 1. Coated apparatus

It is Comparative Example of this invention.

Coated apparatus which is basic structure of  
 Example is shown in FIG. 1.

In FIG. 1, 1 is jet-stream tower, 2 is entrance slot  
 of grain coated, 3 is grain entrance-slot valve, 4



4は噴流空気噴出用のオリフィス、5は噴霧ノズル、6は被覆粒体の抜き出し口、7は噴流及び乾燥に用いた空気の排出管、8は空気加熱器、9は流量計、10はブロアー、11は被覆液調整槽、12は蒸気加熱用ジャケット、13は被覆液供給ポンプ、14はガイド管である。塔径は450mm、ガイド管径は120mmである。図2から図7に本発明に使用される被覆装置を例示した。これらの図において15は乾燥用の不活性気体送入管であり、16は不活性気体噴出口である。図2、3及び4A、5Aは被覆装置の絞り部及びガイド管周辺のみを記載した。その周辺部は図1と同様である。図4Bは図4Aの水平断面図であり、図5Bは図5Aの水平断面図であり、図6、7は図2、3、4A、4B、5A、5Bとは別個の噴流塔の粒体投入入口下部の水平断面図である。図2は槽内側壁に噴出口を設けたものであり、図3は槽底部の逆錐部に噴出口を設けたものである。図4A及び4Bはガイド管を中空構造とし、その外壁に噴出口を設けたものである。図5A及び5Bは槽内側壁とガイド管外壁との間に環状の通気管を設けたものである。図においては上下に2本、水平方向に1本であるが、この本数や

is orifice for jet-stream air ejection, 5 is mist generating nozzle, 6 is pulling-out mouth of coated grain, 7 is outlet pipe of air used for jet stream and drying, 8 is air heater, 9 is flowmeter, 10 is blower, 11 is coated liquid adjustment tank, 12 is jacket for steamy heat, 13 is coated liquid feed pump, 14 is guide pipe. Tower diameter is 450 mm and guide pipe diameter is 120 mm.

Coated apparatus used for FIGS. 2-7 by this invention was shown.

They are these inert-gas intromission pipes in the figure for drying in 15.

16 is inert-gas jet nozzle.

Only drawing part and guide peritubular edge of coated apparatus were described FIG. 2, 3 and 4A and 5A.

The periphery part is the same as that of FIG. 1. FIG. 4B is horizontal sectional view of FIG. 4A.

FIG. 5B is horizontal sectional view of FIG. 5A.

FIG. 6, 7 is horizontal sectional view of grain input inlet-port lower part of separate jet-stream tower in FIG. 2, 3, and 4A, 4B, 5A and 5B.

FIG. 2 provided jet nozzle in tank medial wall.

FIG. 3 provided jet nozzle in reverse pyramidal part of tank-bottom part.

FIG. 4A and 4B built guide pipe as a hollow structure, and provided jet nozzle in the outer wall.

FIG. 5A and 5B provided annular vent pipe between tank medial wall and guide pipe outer wall.

In figure, two are one horizontally vertically.

However, this number and positional relationship can be suitably chosen by relation between the amount of ejections, or capability.

位置関係は噴出量や能力との関係で適宜選択できる。但し、通気管の存在が固定相粒子の移動を妨げるものであってはならない。図6はガイド管を中空構造とし、更に該ガイド管から外方向に放射状に噴出管を延ばしたものであり、本発明に用いる被覆装置はこのような構造のものであっても良い。更に、本発明においては図5Bにおいて示した装置と、図6において示した装置とを合わせた図7の様な構造の噴出管を有するものであっても構わない。本発明の実施例には図5A、5Bに示した被覆装置を用いた。

### 【0023】

#### 2. 本発明の実施例及び比較例サンプルの試作

被覆操作はブロアー10より所定の風量と温度に保持した空気を噴流塔に送りながら所定量の粒体を投入する。次いで塔内の粒体が所定の温度に達したら、被覆液供給ポンプより樹脂溶液（被覆液）を所定の速度で所定時間送り、所定の被覆率とした後ブロアー10を止めて被覆粒体抜き出し口6より被覆粒体を抜き出す。但し、実施例においては75±2℃に加温された空気を表1に示した流量を維持しつつ、運転開始から終了時まで乾燥用不活性気体送入管15を

However, presence of vent pipe must not bar movement of stationary phase particles.

FIG. 6 built guide pipe as a hollow structure, and, furthermore, extended ejection pipe radially for outside from this guide pipe.

One of such structure is sufficient as coated apparatus used for this invention.

Furthermore, it may have ejection pipe of structure like FIG. 7 which set apparatus shown in FIG. 5B in this invention, and apparatus shown in FIG. 6.

Coated apparatus shown in FIG. 5A and 5B was used for Example of this invention.

### [0023]

#### 2. Example of this invention, and trial production of Comparative Example sample

Coated operation supplies grain of predetermined amount, sending air maintained from blower 10 to prescribed air quantity and temperature to jet-stream tower.

Subsequently, if grain in tower reaches prescribed temperature, after making resin solution (coated liquid) into predetermined time delivery and prescribed coverage at the rate of prescribed from coated liquid feed pump, blower 10 will be stopped and coated grain will be extracted from coated grain pulling-out mouth 6.

However, it continued ejecting from inert-gas jet nozzle 16 from startup through inert-gas intromission pipe 15 for drying till the

通して不活性気体噴出口 16 より噴出させ続けた。被膜組成は下記の通りである。溶液の濃度は表 1 に表示の粘度になるように B 型粘度計を用い調整した。但し粘度は下記被膜組成を下記供試溶剤に  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  にて溶解時の粘度を測定した。

**被覆液組成**

ポリエチレン (低密度ポリエチレン、 $d=0.918$ 、 $MI=22$ )  
 9 重量部

小麦粉 (薄力粉 200 mesh pass)  
 1 //

タルク (平均粒径  $10 \mu\text{m}$ )  
 10 //

トルエン  
 400 //

**【0024】**

本製造例では下記の基本条件を維持しつつ所定の被覆率が 10 wt% に達するまで被覆を行なった。尚、被覆の操作を 20 回反復し溶出のばらつきの確認に供した。

一流体ノズル：開口 0.8 mm フルコン型

熱風量 :  $450 \text{ Nm}^3/\text{h}$

熱風温度 :  $100 \pm 2^\circ\text{C}$

樹脂溶液温度 :  $100 \pm 2^\circ\text{C}$

肥料 : 尿素 (粒状)

completion, maintaining flow which showed air heated by  $75 \pm 2^\circ\text{C}$  in Example in Table 1.

Coating-film construction is as follows.

Concentration of solution was adjusted using Brookfield viscometer so that it might become consistency of display to Table 1.

However, consistency measured consistency at the time of melting for the following coating-film construction at  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  to the following test solvent.

Coated liquid construction

Polyethylene (low density polyethylene,  $d=0.918$ ,  $MI=22$ ) 9 weight-parts

Wheat flour (weak-flour 200 mesh pass)

1 ditto

Talc (average particle diameter of 10 micrometer)

10 ditto

Toluene

400 ditto

**[0024]**

In this manufacture example, coating was performed until prescribed coverage amounted to 10 wt%, maintaining the following basal condition.

In addition, coated operation was repeated 20 times and it used in check of unevenness in elution.

First-class body nozzle: 0.8 mm full contest type of openings

Amount  $450 \text{ Nm}^3/\text{h}$  of hot airs :

Hot blast temperature :  $100 \pm 2^\circ\text{C}$

Resin solution temperature:  $100 \pm 2^\circ\text{C}$

Fertilizer : urea (grain shape)

粒径及び比重：2.7 mm、1.3 g/cc	Particle diameter and relative density: 2.7 mm, 1.3 g/cc
肥料投入量：40 kg	Fertilizer input：40kg
供試溶剤：トルエン	Test solvent：Toluene
噴流部の粒子温度：70 ± 3℃	Particle temperature of jet-stream part: 70 +/-3 degree C
*被覆液はポンプ5より送られてノズルに至るが、80℃以下に温度が低下しないように配管を二重管にして蒸気を通しておく。	* Coated liquid is sent from pump 5 and leads in nozzle. However, piping is made into duplex tube and vapour is passed so that temperature may not fall to 80 degrees C or less.

## 【0025】

## 3. 試作被覆肥料サンプルの溶出試験

試作した本発明の被覆肥料サンプルそれぞれ10gを200ml水中に浸漬して25℃に静置する。所定期間後肥料と水に分け、水中に溶出した尿素を定量分析により求める。肥料には新水を200ml入れて再び25℃に静置、所定期間後同様な分析を行なう。この様な操作を反復して水中に溶出した尿素の溶出累計と日数の関係をグラフ化して溶出速度曲線を作成し、80%溶出率に至る日数を求めることが出来る。表1に溶出試験の結果を示す。浸漬開始から10%溶出に至るまでの日数を初期溶出抑制期間とし、表1において「D1」と表記した。それ以降80%溶出に至るまでの日数を溶出期間とし「D2」と表記した。更に、初期溶出期間中

## [0025]

## 3. Elution test of trial production coated-fertilizer sample

10g of 200 ml of each coated-fertilizer sample of this invention made as an experiment is immersed to water, and it stands at 25 degrees C.

After fixed period, it divides into fertilizer and water, it requires for urea eluted to water by quantitative analysis.

200 ml of new water is put into fertilizer, and still-standing and the similar analysis as prescribed period back are again performed at 25 degrees C.

Total elution amount of urea and relation of number of days which repeated such an operation and were eluted to water are diagrammatic-chart-ized, and elution-rate curve is made, number of days which lead in elution proportion 80% can be known.

Result of elution test is shown in Table 1.

Number of days from immersion start until elution 10%,

Was considered as initial-stage elution inhibition

の溶出抑制能力の比較のため、初期溶出抑制期間の中間に当たる時点での溶出率を「 $1/2 \cdot D1$ 」と表記した。「 $D1$ 」「 $D2$ 」「 $1/2 \cdot D1$ 」はそれぞれ20回反復して作成したサンプルにつき溶出試験を行い、その平均値 ( $\chi$ ) と変動係数 ( $\sigma/\chi$ ) を記載した。

period, and was shown as "D1" in Table 1.

Number of days until elution 80% after that were made into elution period, and it was shown as "D2."

Furthermore, for comparison of elution suppressibility power in initial-stage elution period, elution proportion in time of corresponding to in the middle of initial-stage elution inhibition period are shown as  $1/2 \cdot D1$  "D1", "D2", and "1/2 and D1" perform elution test per sample each made 20 times repeatedly, the average value ( $\chi$ ) and coefficient of variation ( $(\sigma)/(\chi)$ ) were described.

#### 【0026】

比較例の試験区においては樹脂溶液の粘度が高くなるに従い、溶出期間 ( $D1$ 、 $D2$ ) が短くなり、初期溶出抑制期間中の溶出抑制能力の指標である  $1/2 \cdot D1$  が大きくなる傾向にあった。これは樹脂溶液の粘度アップに伴い被膜の緻密性が低下していることによると考えられる。これに対し本発明の実施例区においては比較例区に比べ溶出期間 ( $D1$ 、 $D2$ ) が長くなる傾向にあり、特に  $1/2 \cdot D1$  が小さくなっていることから、本発明の被覆方法によれば高度の初期溶出抑制機能を有する被膜の被覆が可能であることは明らかである。但し、実施例1の試験区においては、不活性気体の風速が最小流動化速度 (本実施例に用いた尿素粒子の

#### [0026]

Elution period ( $D1$ ,  $D2$ ) became short, and trend for  $1/2$  which is index of elution suppressibility power in initial-stage elution inhibition period, and  $D1$  to become bigger was suited as viscosity of resin solution became higher in test plot of Comparative Example.

This is considered to be because for the compactness of coating film to fall with consistency up of resin solution.

On the other hand, it is in inclination which elution period ( $D1$ ,  $D2$ ) gets long compared with Comparative Example Ward in Example division of this invention.

Since in particular  $1/2$  and  $D1$  become smaller, according to coating method of this invention, it is clear that coating of coating film which has advanced initial-stage elution inhibition function can be performed.

However, in test plot of Example 1, since wind speeds of inert gas were the minimum fluidization speed (it is 1.06 m/s in the case of

場合 1.  $0.6 \text{ m/s}$  ) とほぼ同じ風速であったため、その溶出結果においてばらつきが大きかった。不活性気体の風速はばらつきを小さくすると云う観点からは、実施例 2 の試験区の結果からも明らかなように最小流動化速度の 70 % 以下であることが望ましい。また、不活性気体の風速が小さすぎても初期溶出抑制期間中の溶出抑制効果、及び溶出のばらつきが悪化する傾向が見られることから、不活性気体の風速は最小流動化速度の 1 % 以上、更には 5 % 以上であることが好ましい。樹脂溶液粘度が  $40 \text{ c.p.}$  の実施例 10 においては溶出期間 (D1、D2) が短くなる傾向にあるものの、比較例に比べれば初期溶出抑制期間中の溶出抑制能力 ( $1/2 \cdot D1$ ) は改善されている。しかしながら実施例 10 は特に溶出機能がその他の実施例区に比べ劣ることから、本発明の粒体の被覆方法において用いる樹脂溶液の粘度は、 $40 \text{ c.p.}$  以下であることが望ましい。この溶出試験の結果からも、本発明の被覆方法を用いて粒体の被覆を行なうことにより、初期溶出の厳密な制御が可能であることが明らかになった。本発明の被覆方法により製造された時限溶出型の被覆粒状肥料においては、初期溶出抑制期間の溶出も

urea particles used for this Example), and nearly identical wind speed, in the elution result, unevenness was large.

As for wind speed of inert gas, from viewpoint of making unevenness small, it is desirable that it is 70 % or less of the minimum fluidization speed clearly also from result of test plot of Example 2.

Moreover, since trend for elution inhibitory effect in initial-stage elution inhibition period and unevenness of elution to aggravate is seen even if wind speed of inert gas is too small, as for wind speed of inert gas, it is desirable that they are 1 % or more of the minimum fluidization speed and 5 more % or more.

Although resin solution consistency is in inclination for elution period (D1, D2) to become short in Example 10 of  $40 \text{ c.p.}$ , if compared with Comparative Example, elution suppressibility power in initial-stage elution inhibition period ( $1/2, D1$ ) improves.

However, since Example 10 is inferior in elution function compared with other Example division in particular, as for consistency of resin solution used in coating method of grain of this invention, it is desirable that it is below  $40 \text{ c.p.}$

It became clear also from result of this elution test that strict control of initial-stage elution can be performed by performing coating of grain using coating method of this invention.

In time-limit elution type coated granular fertilizer manufactured by coating method of this invention, inhibition level elution of initial-stage elution inhibition period is also very good is attained, and the possibility of concentration failure generating by fertilizer during initial-stage

極めて良好な抑制レベルが達成されており、特開平7-147819号の開示の育苗箱による全量基肥施肥法に該肥料を用いた場合の、初期生育期間における肥料による濃度障害発生の可能性が大幅に軽減された。

growing period at the time of using this fertilizer for the whole-quantity basal-fertilizer fertilizing method by seedling box of disclosure of Unexamined-Japanese-Patent No. 7-147819 is alleviated significantly.

【0027】

[0027]

【表1】

[TABLE 1]

No.	不活性気体風速 <sup>*1</sup>	溶液粘度 <sup>*2</sup>	D1 <sup>*3</sup>		D2 <sup>*4</sup>		1/2・D1 <sup>*5</sup>	
			$\chi$	$\sigma/\chi$	$\chi$	$\sigma/\chi$	$\chi$	$\sigma/\chi$
比較例1	—	5	36	0.25	65	0.24	4.0	0.24
比較例2	—	7	34	0.30	63	0.26	4.5	0.27
比較例3	—	25	31	0.46	60	0.45	6.7	0.45
実施例1	1.0	25	35	0.45	64	0.42	3.8	0.46
実施例2	0.7	25	41	0.21	69	0.18	1.9	0.20
実施例3	0.5	25	41	0.19	70	0.18	1.6	0.18
実施例4	0.1	25	42	0.20	72	0.19	2.1	0.20
実施例5	0.05	25	39	0.21	68	0.22	2.2	0.22
実施例6	0.01	25	36	0.29	65	0.27	3.0	0.29
実施例7	0.5	5	42	0.20	70	0.16	1.4	0.19
実施例8	0.5	7	41	0.20	68	0.18	1.5	0.20
実施例9	0.5	35	37	0.25	66	0.23	2.9	0.25
実施例10	0.5	40	30	0.35	62	0.33	3.8	0.33

[単位] \*1 : m/s

\*2 : c. p.

\*3 ( $\chi$ ) : 日\*4 ( $\chi$ ) : 日\*5 ( $\chi$ ) : %

Inert-gas wind speed, Solution viscosity

Comparative Example 1-3

Example 1-10

[Unit]

**【図面の簡単な説明】**

**[BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS]**

**【図 1】**

本発明の方法に使用する被覆装置の工程説明図である。

**[FIG. 1]**

It is process explanatory drawing of coated apparatus used for the method of this invention.

**【図 2】**

本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

**[FIG. 2]**

It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

**【図 3】**

本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

**[FIG. 3]**

It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

**【図 4】**

A 本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

B 図 4 A の水平断面図である。

**[FIG. 4]**

A It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

B It is horizontal sectional view of FIG. 4A.

**【図 5】**

A 本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

B 図 5 A の水平断面図である。

**[FIG. 5]**

A It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

B It is horizontal sectional view of FIG. 5A.



**【図 6】**

本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。(ガイド管中空構造)

**[FIG. 6]**

It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

(Guide pipe hollow structure)

**【図 7】**

本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。(特定の噴出管構造)

**[FIG. 7]**

It is explanatory drawing of drawing part of coated apparatus used for the method of this invention.

(Specific ejection pipe structure)

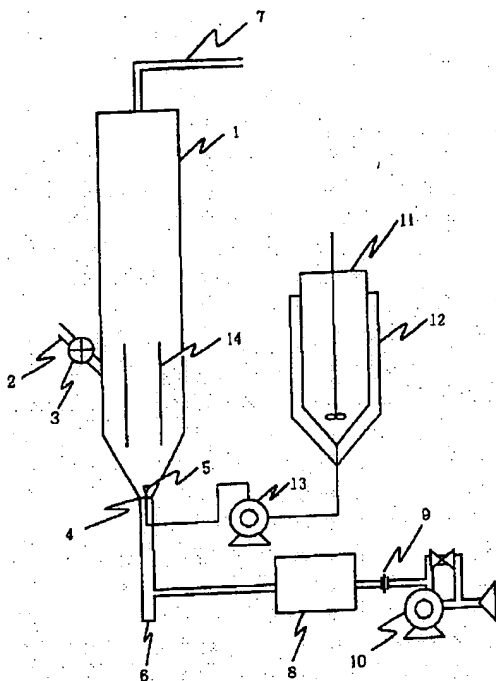
**【符号の説明】**

- 1 噴流塔
- 2 粒体投入口
- 3 粒体投入口バルブ
- 4 空気噴出用オリフィス
- 5 噴霧ノズル
- 6 被覆粒体抜き出し口
- 7 空気排出管
- 8 空気加熱器
- 9 流量計
- 10 ブロアー
- 11 被覆液調整槽
- 12 蒸気加熱用ジャケット
- 13 被覆液供給ポンプ
- 14 ガイド管
- 15 不活性気体送入管
- 16 不活性気体噴出口

**[DESCRIPTION OF SYMBOLS]**

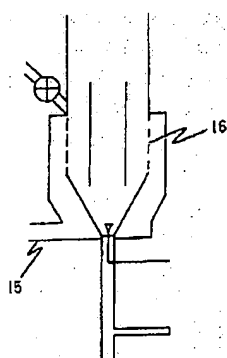
- 1 Jet-stream tower
- 2 Grain entrance slot
- 3 Grain entrance-slot valve
- 4 Orifice for air ejection
- 5 Mist generating nozzle
- 6 Coated grain pulling-out mouth
- 7 Air outlet pipe
- 8 Air heater
- 9 Flowmeter
- 10 Blower
- 11 Coated liquid adjustment tank
- 12 Jacket for steamy heat
- 13 Coated liquid feed pump
- 14 Guide pipe
- 15 Inert-gas intromission pipe
- 16 Inert-gas jet nozzle

**【図 1】****[FIG. 1]**



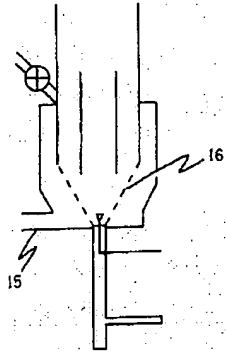
【図 2】

[FIG. 2]



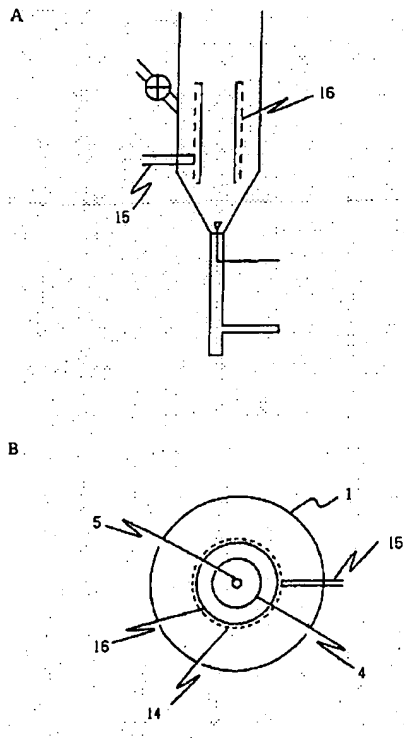
【図 3】

[FIG. 3]



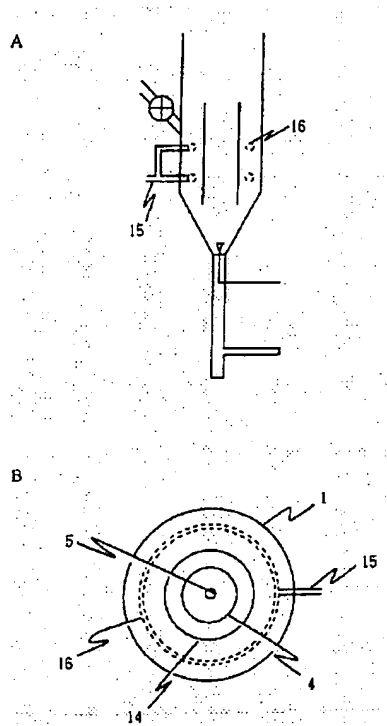
【図 4】

[FIG. 4]



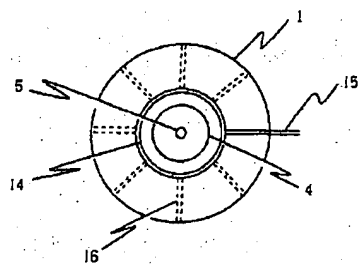
【図 5】

[FIG. 5]



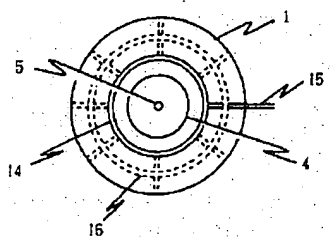
【図 6】

[FIG. 6]



【図 7】

[FIG. 7]





## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)